

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-046730

(43)Date of publication of application : 18.02.2000

(51)Int.Cl.

G01N 21/21

G01J 4/04

(21)Application number : 10-217891

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO
LTD

(22)Date of filing : 31.07.1998

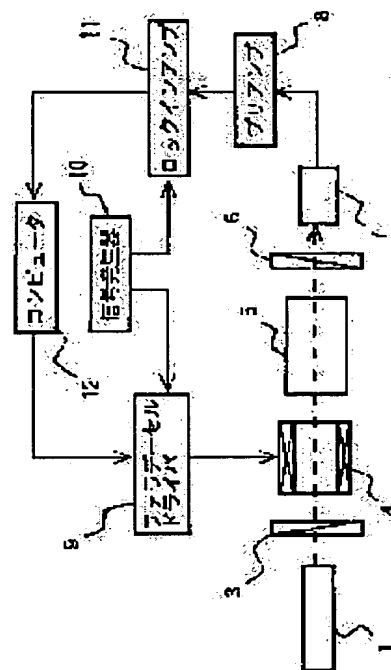
(72)Inventor : KAWAMURA TATSURO

(54) ANGLE-OF-ROTATION MEASURING METHOD, CONCENTRATION JUDGMENT METHOD,
AND CONCENTRATION CONTROL METHOD, AND/OR POLARIMETER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To continuously and accurately measure the angle of the optical rotation of a high-concentration sample by an inexpensive and compact device by expecting the optical rotation due to a sample to be inspected, and by inclining the transmission axis of a linear analyzer for the normal line of the vibration surface of polarization to be applied to the sample to be inspected in advance.

SOLUTION: A Faraday cell 4 generates a magnetic field by a modulation signal from a signal generator 10 via a Faraday cell driver 9 and a control signal from a computer 12, rotates the vibration surface of polarization being inputted from a polarizer 3, and transmits a sample cell 5 for accommodating a sample to be inspected. A photo-sensor 7 detects light that transmits a linear analyzer 6 where a transmission axis is set to a specific oblique angle in advance. At this time, a lock-in amplifier 11 uses the modulation signal being outputted to the cell 4 as a reference signal for allowing the detection signal of the sensor 7 to be subjected to phase-sensitive detection, and the computer 12 outputs the control signal (compensation current) to the cell 4 so that the output of the lock-in amplifier 11 becomes 0 for calculating the angle of optical rotation based on the level of the control signal.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 18.01.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3415034

[Date of registration] 04.04.2003

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-46730
(P2000-46730A)

(43) 公開日 平成12年2月18日 (2000.2.18)

| | | | |
|---------------------------|------|---------------|-------------|
| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード* (参考) |
| G 0 1 N 21/21 | | G 0 1 N 21/21 | A 2 G 0 5 9 |
| G 0 1 J 4/04 | | G 0 1 J 4/04 | D |

審査請求 未請求 請求項の数21 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平10-217891

(22) 出願日 平成10年7月31日 (1998.7.31)

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 河村 達朗

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74) 代理人 100072431

弁理士 石井 和郎

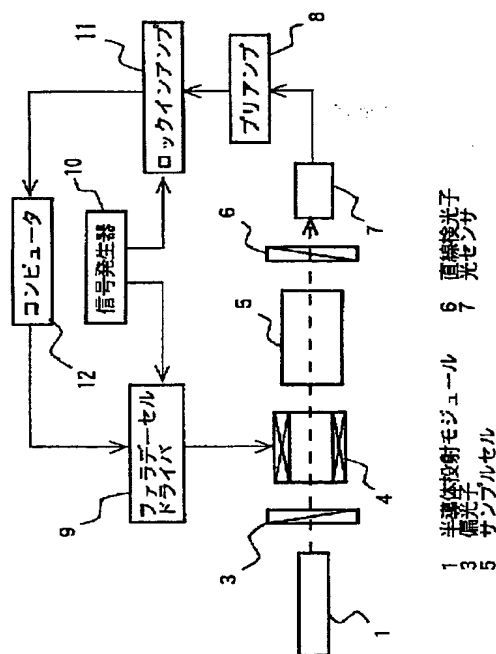
Fターム(参考) 2G059 AA01 AA02 BB04 BB11 EE01
EE02 EE05 GG01 GG06 HH01
HH02 JJ02 JJ11 JJ19 JJ22
JJ24 KK01 MM01 MM03 MM04
MM05 MM14 MM15 NN02 NN09

(54) 【発明の名称】 旋光度測定方法、濃度判定方法および濃度制御方法並びに旋光計

(57) 【要約】

【課題】 被検試料の示す旋光角が大きい場合や、被検試料の濃度を連続的に監視する場合に適した小型で信頼性の高い旋光計を、安価で提供する。

【解決手段】 旋光性物質を含む被検試料に起因した旋光を、光の振動面を回転させることにより補償して、その補償値により被検試料による旋光角を算出する旋光度測定方法であって、被検試料による旋光を見越して、検光子の透過軸を被検試料に入射させる光の振動面の法線に対してあらかじめ傾斜させておく。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 被検試料に振動面が既知の光を入射させ、前記被検試料を透過した前記光の振動面を直線検光子を用いて検出することにより、前記被検試料による前記光の旋光角を求める旋光度測定方法であって、前記直線検光子の透過軸が前記被検試料に入射させる光の振動面の法線に対して所定の傾斜角度をもって固定されていて、前記直線検光子を透過した前記光の強度と前記傾斜角度とを用いて前記被検試料に起因した旋光角を算出する旋光度測定方法。

【請求項 2】 被検試料に振動面が既知の光を入射させ、前記被検試料を透過した前記光の振動面を直線検光子を用いて検出することにより、前記被検試料による前記光の旋光角を求める旋光度測定方法であって、前記直線検光子の透過軸が前記被検試料に入射させる光の振動面の法線に対して所定の傾斜角度をもって固定されていて、前記光の振動面を回転させることにより前記被検試料に起因した前記光の回転を補償し、その補償値と前記傾斜角度とを用いて前記被検試料に起因した旋光角を算出する旋光度測定方法。

【請求項 3】 前記傾斜角度を、前記光が前記被検試料を透過する際に予測される旋光角の最大値および最小値を両端とする範囲内に設定する請求項 2 記載の旋光度測定方法。

【請求項 4】 前記被検試料として基準試料を用いたときに前記基準試料が示す旋光角を前記傾斜角度に設定する請求項 2 記載の旋光度測定方法。

【請求項 5】 請求項 4 記載の旋光度測定方法を用い、前記補償値の正負により、前記被検試料の旋光性物質濃度の濃淡を前記基準試料の旋光性物質濃度と比較する濃度判定方法。

【請求項 6】 請求項 4 記載の旋光度測定方法を用い、前記補償値の正負により前記被検試料の旋光性物質濃度を前記基準試料の旋光性物質濃度と比較しながら、前記被検試料の旋光性物質濃度を調整する濃度制御方法。

【請求項 7】 被検試料に振動面が既知の光を入射させ、前記被検試料を透過した前記光を、特定の振動面を有する成分のみを透過しかつそれと垂直な振動面を有する成分のみを反射する偏光分離素子に入射させて、前記偏光分離素子より反射する光の強度と前記偏光分離素子を透過する光の強度とを用いて前記被検試料による前記光の旋光角を求める旋光度測定方法であって、前記偏光分離素子は、それに入射する光のうち反射する光の強度と透過する光の強度が等しくなる軸が、前記被検試料に入射させる前記光の振動面に対して傾斜して固定される旋光度測定方法。

【請求項 8】 前記偏光分離素子を、前記光が前記被検試料を透過する際に予測される旋光角の最大値および最小値を両端とする範囲内において、前記偏光分離素子より反射する光の強度と前記偏光分離素子を透過する光の

強度が等しくなるように配置する請求項 7 記載の旋光度測定方法。

【請求項 9】 所定の旋光角を示す基準試料を前記被検試料に用いたときに前記偏光分離素子より反射する光の強度と透過する光の強度が等しくなるように、前記偏光分離素子を配置する請求項 8 記載の旋光度測定方法。

【請求項 10】 前記基準試料の旋光角が、前記光が前記被検試料を透過する際に予測される旋光角の最大値および最小値の中間値である請求項 4 または 9 に記載の旋光度測定方法。

【請求項 11】 請求項 9 記載の旋光度測定方法を用い、前記偏光分離素子より反射する光の強度と前記偏光分離素子を透過する光の強度の差の正負により、前記被検試料の旋光性物質濃度の濃淡を前記基準試料の旋光性物質濃度と比較する濃度判定方法。

【請求項 12】 請求項 9 記載の旋光度測定方法を用い、前記偏光分離素子より反射する光の強度と前記偏光分離素子を透過する光の強度の差の正負により前記被検試料の旋光性物質濃度を前記基準試料の旋光性物質濃度と比較しながら、前記被検試料の旋光性物質濃度を調整する濃度制御方法。

【請求項 13】 略平行光を投射する単色光源と、前記略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過する偏光子と、前記偏光子を透過した前記略平行光が被検試料を透過するように前記被検試料を保持するサンプルセルと、前記被検試料を透過した前記略平行光のうち特定方向の振動面を有する成分のみを透過する直線検光子と、前記直線検光子を透過した前記略平行光を検出する光センサを備え、所定の旋光角を示す基準試料を前記被検試料に用いたときに前記直線検光子を透過する前記略平行光が最小になるように、前記偏光子の透過軸と前記直線検光子の透過軸の相対角度が固定されている旋光計。

【請求項 14】 前記偏光子を透過し、前記被検試料に入射しようとする前記略平行光の振動面を回転させる光変調手段と、前記光変調手段へ制御信号を出力する光変調制御手段と、前記制御信号および前記光センサの出力信号に基づいて前記被検試料による旋光角を算出する演算手段とをさらに備え、前記偏光子の透過軸と前記直線検光子の透過軸の相対角度が、前記基準試料を前記被検試料に用いかつ前記光変調手段により前記略平行光の振動面を回転させないときに前記直線検光子を透過する前記略平行光が最小になるように設定された請求項 13 記載の旋光計。

【請求項 15】 前記被検試料に磁場を印加する磁場印加手段と、前記磁場印加手段へ制御信号を出力する磁場制御手段と、前記制御信号および前記光センサの出力信号に基づいて前記被検試料による旋光角を算出する演算手段とをさらに備え、前記偏光子の透過軸と前記直線検光子の透過軸の相対角度が、前記基準試料を前記被検試

料に用いかつ前記磁場を印加しないときに前記直線検光子を透過する前記略平行光が最小になるように設定された請求項 13 記載の旋光計。

【請求項 16】 前記制御信号を変調する変調信号を出力する信号発生手段、および前記変調信号を参照信号として前記光センサの出力信号を位相敏感検波するロックインアンプをさらに具備し、前記演算手段が、前記制御信号および前記ロックインアンプの出力信号に基づいて前記被検試料による旋光角を算出する請求項 14 または 15 に記載の旋光計。

【請求項 17】 前記制御信号を変調する変調信号を出力する信号発生手段と、前記変調信号を参照信号として前記光センサの出力信号を位相敏感検波するロックインアンプと、前記光センサの出力信号を前記変調信号の 2 倍の周波数の信号を参照信号にして位相敏感検波する規格化用ロックインアンプをさらに具備し、前記演算手段が、前記規格化用ロックインアンプの出力信号で前記ロックインアンプの出力信号を規格化する請求項 14 または 15 に記載の旋光計。

【請求項 18】 前記ロックインアンプの出力信号がゼロになるように、前記偏光子の透過軸と前記直線検光子の透過軸の相対角度が設定された請求項 16 または 17 に記載の旋光計。

【請求項 19】 略平行光を投射する単色光源と、前記略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過する偏光子と、前記偏光子を透過した前記略平行光が被検試料を透過するように前記被検試料を保持するサンプルセルと、前記被検試料を透過した前記略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過しかつそれと垂直な振動面を有する成分のみを反射する偏光分離素子と、前記偏光分離素子を透過した前記略平行光を検知する第一の光センサと、前記偏光分離素子より反射した前記略平行光を検知する第二の光センサと、前記第一および第二の光センサの出力信号の差に基づいて前記被検試料による旋光角を算出する演算手段とを備え、前記偏光子の透過軸と前記偏光分離素子の透過軸の相対角度が、所定の旋光角を示す基準試料を前記被検試料に用いたときに、前記偏光分離素子を透過する前記略平行光の強度と反射する前記略平行光の強度が等しくなるように固定されている旋光計。

【請求項 20】 前記被検試料に入射しようとする前記略平行光の強度を変調する光変調手段と、前記光変調手段の変調信号を参照信号として前記第一および第二の光センサの出力信号の差を位相敏感検波するロックインアンプとをさらに具備し、前記演算手段が、前記ロックイ

ンアンプの出力信号に基づいて前記被検試料による旋光角を算出する請求項 19 記載の旋光計。

【請求項 21】 前記ロックインアンプの出力信号がゼロになるように、前記相対角度を調整することで、前記偏光分離素子を透過および反射する略平行光の強度が等しくなるように前記偏光子と前記偏光分離素子の相対角度が設定されている請求項 19 記載の旋光計。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10 【発明の属する技術分野】本発明は、溶液における溶質の同定、純度検定、濃度決定等に用いる旋光度測定に関するものであって、例えば、果糖、ショ糖、グルコース等の水溶液の濃度を測定する糖度計に適用可能である。また、この旋光度測定方法を用いた溶液の濃度判定方法および濃度制御方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来の旋光計の一例を図 13 に示す。ナトリウムランプ、バンドパスフィルタ、レンズ、スリット等によって構成される光源 41 は、波長 589 nm のナトリウムの D 線からなる略平行光を投射する。偏光子 42 は、光源 41 の投射光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過させる。被検試料を保持するサンプルセル 43 は、対向した一対の透明な透過面を有し、光源 41 を透過した光が内部を透過するように配されている。直線検光子 44 は、サンプルセル 43 を透過した光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過させる。ここで、偏光子 42 の透過軸および直線検光子 44 の透過軸のなす相対角度 Θ は、 $\pi/2$ に固定されている。光センサ 45 は、直線検光子 44 を透過した略平行光を検出する。光変調器 46 は、信号発生器 50 の出力した変調信号およびコンピュータ 49 の出力した制御信号に基づいて、光源 41 の投射した光の振動面を変調しかつ制御する。光変調器 46 は、駆動器 47 により駆動する。ロックインアンプ 48 は、信号発生器 50 の出力した変調信号を参照信号として、光センサ 45 の出力信号を位相敏感検波する。コンピュータ 49 は、制御信号とロックインアンプ 48 の出力信号に基づいて、サンプルセル 43 に収容された被検試料による旋光角を算出する。

【0003】以下、この従来の旋光計の原理を説明する。光変調器 46 は、光源 41 より投射され、偏光子 42 を透過した光の振動面を振幅 = δ 、角周波数 = ω で変調する。この時、光センサ 45 に到達する光の強度 I は式 (1) で表される。

【0004】

$$I = T \times I_0 \times \{ \cos [\Theta - \alpha + \beta + \delta \times \sin (\omega \times t)] \}^2 \quad (1)$$

ここで、

T : 被検試料の透過率

I_0 : 被検試料への入射光強度

Θ : 偏光子 42 の透過軸と直線検光子 44 の透過軸の

相対角度

α : 被検試料による旋光角

β : 光変調器 49 による光の回転角度

t : 時間

なお、サンプルセル43および直線検光子44の透過損失および参照損失は無視している。

* 44の透過軸の相対角度 Θ は $\pi/2$ であるので、式(1)より以下の式(2)が導出される。

【0005】ここで、偏光子42の透過軸と直線検光子*

$$I = T \times I_0 \times \{ \sin [\beta - \alpha + \delta \times \sin (\omega \times t)] \}^2 \quad (2)$$

$\beta - \alpha = 0$ のとき、すなわち被検試料による旋光角を光 ※ (2)は以下の式(3)で表される。

変調器46による回転角度が補償したときには、式 ※ 【0006】

$$\begin{aligned} I &= (1/2) \times T \times I_0 \times \{ 1 - \cos [2 \times \delta \times \sin (\omega \times t)] \} \\ &= (1/2) \times T \times I_0 \times \{ 1 - [J_0(2 \times \delta) \\ &\quad + 2 \times J_2(2 \times \delta) \times \cos (2 \times \omega \times t) \\ &\quad + \dots] \} \end{aligned} \quad (3)$$

ここで、 $J_n(x)$ は n 次のベッセル関数である。

★と、式(3)は以下の式(4)に近似される。

【0007】被検試料による旋光角および変調の振幅を

【0008】

小さく、すなわち $|\beta - \alpha| \ll 1$ 、かつ $\delta \ll 1$ とする ★

$$\begin{aligned} I &\approx T \times I_0 \times (\beta - \alpha + \delta \times \sin (\omega \times t))^2 \\ &= T \times I_0 \times \{ (\beta - \alpha)^2 + 2 \times (\beta - \alpha) \times \delta \times \sin (\omega \times t) \\ &\quad + [\delta \times \sin (\omega \times t)]^2 \} \\ &= T \times I_0 \times \{ (\beta - \alpha)^2 + 2 \times (\beta - \alpha) \times \delta \times \sin (\omega \times t) \\ &\quad + \{ \delta^2 / 2 \times [1 - \cos (2 \times \omega \times t)] \} \} \end{aligned} \quad (4)$$

【0009】これより、光センサ45の出力信号 I には、角周波数0(直流)、 ω 、および $2 \times \omega$ の各信号成分が含まれることがわかる。変調信号を参照信号として☆

$$S = T \times I_0 \times 2 \times (\beta - \alpha) \times \delta \quad (5)$$

この S は、 $\beta = \alpha$ の時のみ、ゼロになる。この点が消光点である。光変調器46によって光の振動面を回転させる、すなわち β を掃引して、 S がゼロになるときの β が、旋光角 α である。式(3)で考えた場合も同様で、 I を位相敏感検波すると、 $\beta = \alpha$ のときに光センサ45の出力信号がゼロになる。以上の様に、光の振動面の角度を変調することによって、この変調周波数成分の信号のみを光源強度、電源の揺らぎ、輻射等のノイズから分離して、選択的に取り出すことができ、 S/N の高い信号 S を得ることができる。この S から、正確に消光点を見いだすことができ、旋光角 α を高精度で測定することができる。同時に、振動面の角度を掃引することで、大規模な装置は不要になる。

【0010】しかしながら、上記のような方式は、以下のような問題点を有する。従来、偏光子42および直線検光子44の透過軸の相対角度 Θ は、 $\pi/2$ に固定されている。従って、被検試料による旋光角 α が大きく、 β が小さい時、即ち $|\beta - \alpha|$ が大きいと、式(2)より明らかなように、 I が大きくなる。 I が大きくなりすぎると、光センサ45の出力またはこれのブリアンプの出力は飽和してしまっており、変調成分 δ を検出することができない。これにより、ロックインアンプ48の出力信号はゼロに固定されてしまい、消光点を見出せなくなり、旋光角を測定できなくなる場合もある。また、光の振動面の角度を変調せず、ロックインアンプ48を使用しない場合でも、 I が飽和してしまうと、消光点を検出するために、 β を増加させるべきか減少させるべきかの判定

20 ☆この I をロックインアンプ48で位相敏感検波すると、角周波数 ω 成分、すなわち以下の式(5)で表される S を取り出すことができる。

30 ができる。たとえば、連続的に被検試料の濃度を監視する必要がある場合には、光センサ45等の出力が飽和して上記のような事態が発生すると、極めて不都合である。光源41の強度を下げるか、または光センサ45の感度もしくはこれのブリアンプのゲインを下げる、 I の飽和を防ぐことはできるが、これにより信号の S/N が低下して、結果的に測定精度が低下してしまう。

【0011】更に、ファラデーセル等の光変調器46によって光の偏光方向を回転させることから、 β が大きくなると光変調器46に供給する電流が大きくなる。これによって、駆動器の容量を大きくする必要がある。また、大電流を供給すると光変調器46の発熱が大きくなるため、冷却を必要とする場合も生じる。したがって、旋光計の規模が大きくならざるを得なかった。

【0012】

40 【発明が解決しようとする課題】本発明は、以上の問題点を解決し、被検試料の示す旋光角が大きい場合や、被検試料の濃度を連続的に監視する場合に適した小型で信頼性の高い旋光計を、安価で提供することを目的とする。

【0013】

50 【課題を解決するための手段】本発明の旋光度測定方法は、被検試料内の旋光性物質に起因した旋光角を直線検光子を用いて求める旋光度測定方法において、被検試料による旋光を見越して、被検試料に入射させる偏光の振動面の法線に対して直線検光子の透過軸をあらかじめ傾

斜させる。この方法は、たとえば被検試料による旋光を被検試料の後段に配した直線検光子を透過する光の強度から求める方法や、被検試料に磁場を印加することにより補償する方法、すなわち被検試料中の旋光性物質による旋光を光ファラデー効果によって打ち消し、このときの磁場の強さから旋光角を求める方法に有用である。また、直線検光子に代えて偏光分離素子を用いる場合には、それを透過する光の強度とそれより反射する光の強度が等しくなる軸を、被検試料に入射させる旋光の振動面に対して傾斜させる。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明の旋光度測定方法は、被検試料に振動面が既知の光を入射させ、被検試料を透過した光の振動面を直線検光子を用いて検出することにより、被検試料による光の旋光角を求める旋光度測定方法であって、直線検光子の透過軸が被検試料に入射させる光の振動面の法線に対して所定の傾斜角度をもって固定されていて、直線検光子を透過した光の強度と傾斜角度とを用いて被検試料に起因した旋光角を算出する。

【0015】本発明の他の旋光度測定方法は、被検試料に振動面が既知の光を入射させ、被検試料を透過した光の振動面を直線検光子を用いて検出することにより、被検試料による光の旋光角を求める旋光度測定方法であって、直線検光子の透過軸が被検試料に入射させる光の振動面の法線に対して所定の傾斜角度をもって固定されていて、光の振動面を回転させることにより被検試料に起因した光の回転を補償し、その補償値と所定角度とを用いて被検試料に起因した旋光角を算出する。たとえば、旋光子と直線検光子を、いわゆる直交ニコルの状態から回転させておいて、被検試料により現れる旋光角の一部をこの回転角によりあらかじめ補償しておく。これにより、光の振動面を回転させる手段の容量を小さくすることができるため、装置の小型化が可能になる。

【0016】上記の直線検光子の透過軸と被検試料に入射させる光の振動面の法線との角度は、光が被検試料を透過するときの旋光角の最大値および最小値が既知または予測可能であれば、これらを両端とする範囲内に設定することが望ましい。好ましくは、被検試料として基準試料を用いたときに基準試料が示す旋光角をこの角度に設定する。これにより、補償値の正負によって被検試料の旋光性物質濃度の濃淡を基準試料の旋光性物質濃度と比較することができる。また、このような方法は、被検試料の旋光性物質濃度を調整しながら、基準試料と同じ旋光性物質濃度の溶液を調製するときにも有用である。

【0017】本発明のさらに他の旋光度測定方法は、被検試料に振動面が既知の光を入射させ、被検試料を透過した光を、特定の振動面を有する成分のみを透過しかつそれと垂直な振動面を有する成分のみを反射する偏光分離素子に入射させて、偏光分離素子より反射する光の強度と偏光分離素子を透過する光の強度とを用いて被検試

料に起因した旋光角を求める旋光度測定方法であって、偏光分離素子は、入射光のうちそれより反射する光の強度とそれを透過する光の強度が等しくなる軸が、被検試料に入射させる光の振動面に対して傾斜して固定される。検光子として直線検光子に代えて偏光分離素子を用いる場合には、反射光の強度と透過光の強度を比較して、両者が等しくなったときを基準にして旋光角を求める。このとき、偏光分離素子を、光が被検試料を透過する際に予測される旋光角の最大値および最小値を両端とする範囲内において、偏光分離素子より反射する光の強度と偏光分離素子を透過する光の強度が等しくなるように配置することが望ましい。また、所定の旋光角を示す基準試料を基準試料に用いたときに、偏光分離素子より反射する光の強度と偏光分離素子を透過する光の強度が等しくなるようにしてもよい。

【0018】上記のような基準試料は、その旋光角が、測定しようとする被検試料を用いたときに予測される旋光角の最大値および最小値の中間値になるように設定することが望ましい。この場合も、同様に、偏光分離素子より反射する光の強度と偏光分離素子を透過する光の強度の差の正負により被検試料の旋光性物質濃度の濃淡を基準試料の旋光性物質濃度と比較することができる。

【0019】本発明の旋光計は、略平行光を投射する単色光源と、略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過する偏光子と、偏光子を透過した略平行光が被検試料を透過するように被検試料を保持するサンプルセルと、被検試料を透過した略平行光のうち特定方向の振動面を有する成分のみを透過する直線検光子と、直線検光子を透過した略平行光を検出する光センサを備え、所定の旋光角を示す基準試料を被検試料に用いたときに直線検光子を透過する略平行光が最小になるように、偏光子の透過軸と直線検光子の透過軸の相対角度が固定されている。

【0020】本発明の旋光計の好ましい態様において、偏光子を透過し、被検試料に入射しようとする略平行光の振動面を回転させる光変調手段と、光変調手段へ制御信号を出力する光変調制御手段と、制御信号および光センサの出力信号に基づいて被検試料による旋光角を算出する演算手段とをさらに備え、偏光子の透過軸と直線検光子の透過軸の相対角度が、基準試料を被検試料に用いかつ光変調手段により略平行光の振動面を回転させないときに直線検光子を透過する略平行光が最小になるように設定する。本発明の旋光計の他の好ましい態様において、被検試料に磁場を印加する磁場印加手段と、磁場印加手段へ制御信号を出力する磁場制御手段と、制御信号および光センサの出力信号に基づいて被検試料による旋光角を算出する演算手段とをさらに備え、偏光子の透過軸と直線検光子の透過軸の相対角度が、基準試料を被検試料に用いかつ磁場を印加しないときに直線検光子を透過する略平行光が最小になるように設定する。偏光した

略平行光は、被検試料への入射に先だってファラデーセル等の光変調手段を透過して、その振動面が回転される。また、被検試料に磁場を印加して、被検試料中を伝搬している略平行光の振動面を回転させてもよい。

【0021】さらに、制御信号を変調する変調信号を出力する信号発生器、および変調信号を参照信号として光センサの出力信号を位相敏感検波するロックインアンプを設け、演算手段が、制御信号およびロックインアンプの出力信号に基づいて被検試料による旋光角を算出すると、より精度よく旋光度の測定が可能になる。また、光センサの出力信号を変調信号の2倍の周波数の信号を参照信号にして位相敏感検波する他のロックインアンプをさらに設け、演算手段が、このロックインアンプの出力信号で先のロックインアンプの出力信号を規格化すると、さらに高精度で旋光度の測定が可能になる。偏光子の透過軸と直線検光子の透過軸の相対角度は、たとえば先のロックインアンプの出力信号がゼロになるようにして設定される。

【0022】本発明のさらに他の旋光計は、略平行光を投射する単色光源と、略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過する偏光子と、偏光子を透過した略平行光が被検試料を透過するように被検試料を保持するサンプルセルと、被検試料を透過した略平行光のうち特定の振動面を有する成分のみを透過しかつそれと垂直な振動面を有する成分のみを反射する偏光分離素子と、偏光分離素子を透過した略平行光を検知する第一の光センサと、偏光分離素子より反射した略平行光を検知する第二の光センサと、第一および第二の光センサの出力信号の差に基づいて被検試料による旋光角を算出する演算手段とを備え、偏光子の透過軸と偏光分離素子の透過軸の相対角度が、所定の旋光角を示す基準試料を被検試料に用いたときに、偏光分離素子を透過する略平行光の強度と反射する略平行光の強度が等しくなるように固定される。

【0023】本発明の旋光計の好ましい態様において、被検試料に入射しようとする略平行光の強度を変調する光変調手段と、この変調信号を参照信号として第一および第二の光センサの出力信号の差を位相敏感検波するロックインアンプとをさらに具備し、演算手段が、ロックインアンプの出力信号に基づいて被検試料による旋光角を算出する。本発明の旋光計の他の好ましい態様において、ロックインアンプの出力信号がゼロになるように相対角度を調整することで、偏光分離素子を透過および反射する略平行光の強度が等しくなるように偏光子と偏光分離素子の相対角度が設定される。

【0024】上記のような旋光度測定方法および旋光計は、特に、食品、医薬品生産プラント、医療処置現場等における、溶液中の旋光性物質の濃度の検査、管理および制御に用いる場合、連続測定が可能ため極めて有効である。さらに、サンプリング操作が不要で、かつ試薬

等と接触することない測定が可能であることから、汚染等の恐れがなく、極めて安全性が高い。また、高信頼性、小型、低価格等の特徴から実用性も高い。

【0025】

【実施例】以下、本発明の好ましい実施例を図面を用いて詳細に説明する。

【0026】《実施例1》本実施例の旋光計の構成の概略を図1に示す。半導体レーザモジュール1は、波長が780nmで、強度が3.0mWの略平行光を投射する。偏光子3は、半導体レーザモジュール1が投射した光のうち、その透過軸に一致した振動面を有する特定の偏光成分たとえば紙面に平行な振動面を有する成分のみを透過する。偏光子3の後段には、ファラデーセル4が配されている。ファラデーセル4は、たとえばフリントガラスからなる光透過性の芯材と、芯材を伝搬する光の進行方向に磁場を発生させるソレノイドコイルを備える。

【0027】ファラデーセルドライバ9は、ファラデーセル4に磁場を発生させるための制御信号および発生した磁場を変調するための変調信号を、ファラデーセル4に出力する。ファラデーセル4は、ファラデーセルドライバ9からの信号によって磁場を発生させ、透過する光の振動面を光ファラデー効果によって回転させる。被検試料を収容するサンプルセル5は、半導体レーザモジュール1より投射され、偏光子3およびファラデーセル4を透過した光がその内部を透過するように配置されている。サンプルセル5の実質光路長は、50mmである。直線検光子6は、投射光の進行方向に沿った軸により回転可能であって、その角度を任意の値に設定できるようになっている。光センサ7は、直線検光子6を透過した光を検出する。

【0028】ブリアンプ8は、光センサ7の出力を増幅する。信号発生器10は、ファラデーセルドライバ9に変調信号を出力する。ロックインアンプ11は、ファラデーセル4に出力した変調信号を参照信号として、ブリアンプ8の出力信号を位相敏感検波する。コンピュータ12は、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように、ファラデーセルドライバ9に制御信号を出力する。本旋光計では、ロックインアンプ11の出力がゼロになるときの制御信号すなわち補償電流の大きさに基づいて、旋光角を算出する。以上の構成により、約 10^{-3} 度の精度を達成している。

【0029】実際に、種々のグルコース水溶液を調製し、それらの旋光角を以下のようにして測定した。濃度が約5000mg/dlのグルコース水溶液を複数調製した。実際に得られたグルコース水溶液の濃度は、4950~5050mg/dlの範囲でばらついた。なお、これらの平均濃度は目標濃度である5000mg/dlであった。まず、ファラデーセル4に、振幅が0.001Aで、周波数が1.3kHzの変調信号のみを出力

し、制御信号はゼロに固定した。そして、濃度が目標である5000mg/dlであることが確認されたグルコース水溶液をサンプルセル5に注入し、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように直線検光子6の角度を設定した。次に、濃度の下限である4950mg/dlおよび上限である5050mg/dlのグルコース水溶液を、それぞれサンプルセル5に入れ、光センサ7の出力、ブリアンプ8の出力およびロックインアンプ11の出力がそれぞれ飽和していないことを確認した。ここで、ロックインアンプ11の出力の絶対値が最大になるように、ブリアンプ8またはロックインアンプ11のゲインを調整することが望ましい。

【0030】上記のように、直線検光子6の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、検量線作成用に、濃度が4950、4960、4970、4980、4990、5000、5010、5020、5030、5040および5050mg/dlのグルコース水溶液をそれぞれ調製し、これらを被検試料に用いたときの補償電流を測定した。その結果を図2に黒丸で示す。図2より、グルコース濃度と補償電流は高い直線関係にあることがわかる。図中直線は、得られた補償電流量より算出した回帰直線である。この直線によると、濃度5000mg/dlのグルコース水溶液に対する補償電流はゼロ、濃度4950mg/dlのグルコース水溶液に対する補償電流は-0.05A、濃度5050mg/dlのグルコース水溶液に対する補償電流は0.05Aになる。この回帰直線を検量線にして、4950~5050mg/dlの範囲のグルコース水溶液の濃度を測定することができる。また、たとえば、5000mg/dlを境界値として試料の濃度を判定する場合、本実施例のように、5000mg/dlの水溶液を用いたときに直線検光子6を透過する光の強度が最小になるように直線検光子6の回転角を設定すると、補償電流の正負で、被検試料の濃度を判定することができる。

【0031】なお、検量線を作成する際に、必ずしも、ロックインアンプ11の出力信号がゼロになる点を直接求める必要はない。ファラデーセル4に供給する電流を掃引しながら任意の点において補償電流を測定し、得られた回帰直線より内挿もしくは外挿して求めることもできる。この場合も、直線検光子6の角度は上記と同様に設定する。ただし、測定しようとする被検試料の濃度の上限および下限が既知または予測可能であれば、これら濃度が境界値にある試料を用い、ファラデーセル4に供給する掃引電流が最大および最小の時に、光センサ7の出力、ブリアンプ8の出力およびロックインアンプ11の出力が飽和していないことを確認することが望ましい。より望ましくは、ロックインアンプ11の出力の絶対値が最大になるように、ブリアンプ8またはロックインアンプ11のゲインを調整する。

【0032】以上のように、本実施例によれば、濃度が

高い溶液を被検試料に用いた場合にも、旋光角を連続的に精度よく測定することができる。なお、精度がそれほど要求されない場合は、ファラデーセル4に変調電流は供給せず、すなわちロックインアンプ11を使用せず、ブリアンプ8の出力信号を確認しながら、出力信号がゼロになるときにファラデーセル4に供給する電流を補償電流としてもよい。また、更に精度が要求されない場合は、ファラデーセル4を使用せずに、ブリアンプ8の出力信号のみから旋光角を求めてもよい。この場合、式(1)においてIがブリアンプ8の出力信号に相当し、 $\beta = 0$ 、 $\delta = 0$ および $\Theta = \pi/2 + (\text{初期設定角度})$ としたことになり、この式(1)に基づいて旋光角 α を算出することができる。

【0033】《実施例2》本実施例では、被検試料の濃度を連続的に測定する一例について説明する。本実施例では、ショ糖水溶液をその濃度を制御しながら調製する。本実施例で用いるショ糖水溶液の製造装置の概略を図3に示す。本製造装置では、実施例1で用いたものと同様の旋光計を用いる。ただし、ファラデーセル4に代えて、サンプルセル13に直接設けられたソレノイドコイル13aによって光を回転させる。なお、図中、実施例1で用いたものと同一のものには同一の符号を附している。

【0034】サンプルセル13は、被検試料を収容するための筒状の中空部を有する。中空部はその軸方向に光が透過するようになっていて、その実質光路長は50mmである。ソレノイドコイル13aは、サンプルセル13に収容された被検試料に、光の伝搬方向に磁場を印加する。コイルドライバ14は、ソレノイドコイル13aに電流を供給し、ソレノイドコイル13aは、実施例1で用いたファラデーセル4と同様に、光ファラデー効果によって略平行光の振動面を変調しながら制御する。なお、ここで用いるコイルドライバ14は、ファラデーセルドライバ9と異なり、電流を供給する方向が一定のいわゆる単極性である。このように、被検試料自身のファラデー効果によって、旋光角を測定する方式の基本原理は、特開平9-145605号公報に記載されている。

【0035】本実施例では、濃度10000mg/dlのショ糖水溶液原液とショ糖粉末を用いて濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造する方法について説明する。あらかじめ調製された濃度10000mg/dlのショ糖水溶液原液は、流体投入口19より調整タンク15に投入される。また、ショ糖粉末は、粉末投入口20より調整タンク15に投入される。攪拌ブローラ21は、調整タンク15内のショ糖水溶液を攪拌する。調整タンク15内のショ糖水溶液は、ポンプ18によって配管16を通じてサンプルセル13に供給される。サンプルセル13に供給されたショ糖水溶液は、配管17を通じて調整タンク15へ戻ってくる。コンピュータ12

は、実施例1と同様に、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように、コイルドライバ14に制御信号を出力する。これによって、ロックインアンプ11の出力がゼロになるときの制御信号の大きさをすなわち補償電流量に基づいて旋光角を算出する。

【0036】コンピュータ12は、旋光角を測定しながら、その都度、得られた旋光角に基づいて、流体投入口19からのショ糖水溶液原液の供給量および粉末投入口20からのショ糖粉末の供給量を調整して、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度を制御する。すなわち、制御目標濃度より、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度が低い場合、粉末投入口20よりショ糖粉末を投入して、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度を高める。また、制御目標濃度より高い場合は、流体投入口19よりショ糖水溶液原液を投入して、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度を低下させる。このようにして、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度が制御目標濃度になったことを確認すると、バルブ23を開放し、調整タンク15内のショ糖水溶液を、配管22を通じて次工程に供給する。

【0037】以下、本製造装置における旋光角の測定手順を説明する。まず、コイルドライバ14に供給する変調信号の振幅を0.1A、その周波数を270Hzとし、制御信号を変調信号の振幅すなわち0.1Aで一定にする。これは、コイルドライバ14は単極性であるため、変調度を維持するためには、制御信号を変調信号の振幅より小さく設定できないからである。濃度1000mg/dlのショ糖原料水溶液のみで、調整タンク15を満たした状態でロックインアンプ11の出力がゼロになるように、直線検光子6の角度を設定する。次に、調整タンク15にショ糖粉末を投入して、濃度を12000mg/dlまで上げ、光センサ7の出力、ブリアンプ8の出力およびロックインアンプ11の出力がそれぞれ飽和していないことを確認する。ここで、望ましくは、ロックインアンプ11の出力の絶対値が最大になるように、ブリアンプ8またはロックインアンプ11のゲインを調整する。

【0038】上記の様に、直線検光子6の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、調整タンク15を、濃度が10000、11000および12000mg/dlのショ糖水溶液で満たし、それぞれ補償電流を測定した。この結果を図4に黒丸で示す。得られた補償電流量より、図中直線で表された回帰直線が得られる。得られた回帰直線によると、補償電流量が2.1Aになるように制御すれば、制御目標濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造することができる。また、得られた回帰直線によると、濃度9950mg/dlのショ糖水溶液に対する補償電流量がゼロになる。すなわち、制御信号がゼロで、濃度が9950mg/dlのときに直線検光子6を透過する光が最小になるように、直線検光子6

の角度を設定したことになる。

【0039】本実施例によると、あらかじめ被検試料に入射させる光の振動面の法線に対して直線検光子の透過軸を傾斜させておくことで、補償電流の絶対値を小さくすることができる。本実施例に用いたものと同様の旋光計において、従来の旋光度測定のように、濃度=0、すなわち純水を入れた時に、直線検光子6を透過する光が最小になる様に直線検光子6の角度を設定したとすれば、補償電流は約20A程度に達するため、コイルドライバの容量を大きくする必要があり、同時にコイルの発熱対策も必要になる。ひいては、装置の大型化も招く。これに対して、本実施例によると、補償電流量はわずかでよく、コイルドライバの容量を小さくすることができる。したがって、小型な装置で、濃度が高い溶液の旋光角（すなわち旋光度）を、精度よく連続的に測定することができる。

【0040】《実施例3》本実施例では、実施例2と同様に、ショ糖水溶液をその濃度を制御しながら製造する他の例について説明する。本実施例では、あらかじめ用意された濃度の異なる2種類のショ糖水溶液原液を混合して濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造する。本実施例で用いるショ糖水溶液の製造装置の概略を図5に示す。本製造装置では、実施例2で用いたものと同様の旋光計を用いた。ただし、コイルドライバ24は、コイルドライバ14と異なり、電流を双方向に供給できるいわゆる両極性である。コイルドライバ24は、実施例2におけるコイルドライバ14と同様に、変調信号および制御信号をサンプルセル13のソレノイドコイル13aに供給する。なお、図中、上記実施例で用いたものと同一のものには同一の符号を附している。

【0041】あらかじめ調製された濃度約10000mg/dlのショ糖水溶液原液は、流体投入口19より調整タンク15に投入される。同様に、あらかじめ調製された濃度約12000mg/dlのショ糖水溶液は、流体投入口25より調整タンク15に投入される。また、コンピュータ12は、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように、コイルドライバ24に制御信号を出力する。これによって、ロックインアンプ11の出力がゼロになる制御信号の大きさをすなわち補償電流量を見だし、旋光角を算出する。さらにコンピュータ12は、得られた旋光角に基づいて、流体投入口19および流体投入口25からの各原液の供給を調整して、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度を制御する。調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度が所定の濃度になったことを確認すると、バルブ23を開放し、調整タンク15内のショ糖水溶液を、配管22を通じて次工程に供給する。

【0042】本実施例では、上記実施例と同様に濃度11000mg/dlのショ糖水溶液の製造装置について説明する。まず、コイルドライバ24に制御信号は出力せず、振幅が0.1Aの変調信号のみを出力する。濃度

が10000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液のみで、調整タンク15を満たした状態で、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように直線検光子6の角度を設定する。次に、調整タンク15に濃度12000mg/dlまたは10000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液のいずれか一方で、調整タンク15を満たした状態で、光センサ7の出力、ブリアンプ8の出力およびロックインアンプ11の出力が飽和していないことを確認する。ここで、望ましくは、ロックインアンプ11の出力の絶対値が最大になるように、ブリアンプ8またはロックインアンプ10のゲインを調整する。

【0043】上記の様に、直線検光子6の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、濃度が10000、11000、12000mg/dlのショ糖水溶液で、それぞれ調整タンク15を満たし、これらを被検試料に用いたときの補償電流量を求めた。この結果を図6に黒丸で示す。図中、直線は、得られた補償電流量より求めた回帰直線である。この回帰直線を検量線に用いて、補償電流がゼロになるようにすれば、制御目標である濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造することができる。

【0044】本実施例では、制御信号がゼロで、水溶液が制御目標濃度すなわち11000mg/dlのときに、直線検光子6を透過する光が最小になるように、直線検光子6の角度を設定した。これは、制御目標濃度に対応するように直線検光子6の角度を設定したことになる。従って、この制御目標濃度付近では、補償電流が小さくてよい。通常、製造中すなわち旋光角の測定中において、水溶液のショ糖濃度がこの制御目標濃度付近にある時間がもっとも長い場合、結果的に発熱量を低減できる。更に、水溶液が示しうる最高濃度(=12000mg/dl)と、最低濃度(=10000mg/dl)の中間値が基準になるように直線検光子6の角度を設定することで、ブリアンプ8またはロックインアンプ11のゲインを最大に設定できるため、測定精度を最も高めることができる。なお、精度がそれほど要求されない場合は、ソレノイドコイル13aに変調信号は供給せず、すなわちロックインアンプ11を使用せずに、ブリアンプ8の出力信号を確認しながら、その出力がゼロになるときのソレノイドコイル13aに出力している制御信号を補償電流としてもよい。以上のように、本実施例の旋光計は、小型であって、濃度が高い溶液の旋光角を精度よく連続的に測定することができる。特に、長時間の連続製造においても、コイルの発熱量が小さいため、実施例2で用いた旋光計と比べても更に安定して使用することができる。

【0045】《実施例4》本実施例では、実施例3と同様に、ショ糖水溶液をその濃度を制御しながら製造するさらに他の例について説明する。本実施例のショ糖水溶

液の製造装置の概略を図7に示す。なお、図中、上記実施例で用いたものと同一のものには同一の符号を附している。サンプルセル26は、試料を収容するための筒状の中空部を有する。中空部はその軸方向に光が透過するようになっていて、その実質光路長は50mmである。調整タンク15内のショ糖水溶液は、配管16を通じてサンプルセル26に供給される。サンプルセル26に供給されたショ糖水溶液は、配管17を通じて調整タンク15へ戻るようになっている。サンプルセル26の後段には、偏光分離機能をもつ偏光ビームスプリッタ27が配されている。偏光ビームスプリッタ27は、サンプルセル26を透過した光を特定の偏光成分に分離する。たとえば紙面に平行な振動面を有する成分は透過し、さらに、紙面に垂直な振動面を有する成分は反射する。偏光子28は、入射光の伝搬方向に沿った軸で回転可能である。ここで、サンプルセル26内の溶液による旋光がなく、偏光子28の透過軸の角度を紙面より45度傾斜した状態に設定すると、偏光ビームスプリッタ27を透過する略平行光と、反射する略平行光の強度は等しくなる。また、サンプルセル26内の溶液の旋光角に応じて、この透過光と反射光の差は大きくなる。光センサ29および30は、これら透過光および反射光をそれぞれ検出する。差動アンプ31は、光センサ29および30の出力差を増幅する。従って、この差動アンプ31の出力信号の大きさが溶液の旋光角の大きさに対応する。

【0046】流体投入口19からは、濃度約10000mg/dlのショ糖水溶液原液が調整タンク15に投入される。流体投入口25からは濃度約12000mg/dlのショ糖水溶液原液が調整タンク15に投入される。コンピュータ32は、差動アンプ31の出力に応じて、流体投入口19および流体投入口25からのショ糖水溶液原液の供給量を調整して、調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度を制御する。調整タンク15内のショ糖水溶液の濃度が目標濃度になったことを確認すると、バルブ23を開放して、配管22を通じて調整タンク15内のショ糖水溶液を、次工程に流す。

【0047】本実施例では、制御目標濃度を11000mg/dlに設定する場合について説明する。まず、濃度10000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液のみで調整タンク15を満たした状態で、差動アンプ31の出力がゼロになる様に偏光子28の角度を設定する。次に、調整タンク15に濃度12000mg/dlまたは10000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液のみで調整タンク15を満たした状態で、光センサ29および30の出力と、差動アンプ31の出力がそれぞれ飽和していないことを確認する。ここで、望ましくは、差動アンプ31の出力の絶対値が最大になるように、差動アンプ31のゲインを調整する。

【0048】上記の様に、偏光子28の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、濃度が10000、11

10

20

30

40

50

000および12000mg/dlのショ糖水溶液を用いて検量線を作成する。これらの水溶液で、それぞれ調整タンク15を満たし、差動アンプ31の出力を測定した。この結果を図8に黒丸で示す。図8に示す直線は、これらの測定データから得られた回帰直線である。この直線に基づいて、差動アンプ31の出力信号がゼロになるようにすれば、制御目標である濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造することができる。本実施例の場合、差動アンプ31の出力信号がゼロで、水溶液のショ糖濃度が制御目標濃度すなわち11000mg/dlのときに偏光分離素子すなわち偏光ビームスプリッタ27を透過する光の強度と反射する光の強度が等しくなるよう、偏光子28の角度を設定した。これは、制御目標濃度に対応するように偏光子28の初期角度を設定したことになる。これにより、この制御目標濃度を挟んで差動アンプ31の出力信号の正負が反転するので、コンピュータ32において、この出力信号の正負に基づいて試料の濃度を制御すればよい。特に、基準となる制御目標濃度を、試料が示しうる最高濃度(=12000mg/dl)と、最低濃度(=10000mg/dl)の中間値に設定することで、差動アンプ31のゲインを最大に設定できるため、精度を最も高めることができる。以上のように本実施例によれば、小型で簡単な構成で、濃度が高い溶液の旋光角を、連続的に高精度に測定することができる。

【0049】《実施例5》本実施例では、ショ糖水溶液をその濃度を制御しながら製造するさらに他の例について、説明する。本実施例のショ糖水溶液の製造装置の概略を図9に示す。本実施例においては、実施例4で用いた製造装置と同様に、偏光ビームスプリッタ27を用いて試料の旋光角を測定する。なお、図中、上記実施例で用いたものと同一のものには同じ符号を附している。光チョッパ33は、光源である半導体レーザモジュール1より投射された略平行光の強度を270Hzの周波数で変調する。信号発生器34は、光チョッパ33に変調信号を出力する。ロックインアンプ35は、光チョッパ33への変調信号を参照信号として、差動アンプ31の出力信号を位相敏感検波する。

【0050】本実施例では、実施例4と同様に、それぞれ濃度が10000mg/dlおよび12000mg/dlであるショ糖水溶液原液を混合して濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造する場合について説明する。まず、濃度が10000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液原液のみで、調整タンク15を満たした状態で、ロックインアンプ35の出力がゼロになる様に偏光子28の角度を設定する。次に、調整タンク15に濃度が10000mg/dlのショ糖水溶液原液および濃度が12000mg/dlであることが確認されたショ糖水溶液原液のそれぞれで調整タンク15を満たした状態で、光センサ29および30の出力、差動

アンプ31の出力信号、ロックインアンプ35の出力信号が飽和していないことを確認する。ここで、望ましくは、ロックインアンプ35の出力の絶対値が最大になるように、差動アンプ31のゲインまたはロックインアンプ35のゲインを調整する。

【0051】上記の様に、偏光子28の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、濃度が10000、11000および12000mg/dlのショ糖水溶液を用いて検量線を作成する。これらの水溶液で、それぞれ調整タンク15を満たし、ロックインアンプ35の出力信号を測定した。この結果を図10に黒丸で示す。図10に示す直線は、これらの測定データから得られた回帰直線である。この直線を検量線として、ロックインアンプの出力信号がゼロになるようにすれば、制御目標である濃度11000mg/dlのショ糖水溶液を製造することができる。基準となる濃度を、水溶液が示しうる最高濃度(=12000mg/dl)と、最低濃度(=10000mg/dl)の中間値に設定したことで、差動アンプ31またはロックインアンプ35のゲインを最大に設定できるため、精度を最も高めることができる。更に、実施例4と異なり、光チョッパで変調するので、ドリフトや各種輻射ノイズ等の影響を受け難く、より精度が高い。以上のように本実施例によれば、濃度が高い溶液の旋光角を、連続的に高精度に測定することができる。

【0052】《実施例6》本実施例のショ糖水溶液の製造装置の概略を図11に示す。本実施例では、実施例2で用いたものと同様の製造装置を用いる。なお、図中、上記実施例で用いたものと同一のものには同じ符号を附している。ロックインアンプ36は、いわゆる2Fモードで動作し、信号発生器10の変調信号の2倍の周波数の信号を参照信号として、ブリアンプ8の出力信号を位相敏感検波する。即ち、式(4)における $2 \times \omega$ 成分を取り出している。コイルドライバ37は、振幅が0.05Aで、周波数が1.3kHzの変調信号のみをサンプルセル13のソレノイドコイル13aに供給する。コンピュータ38は、ロックインアンプ11の出力信号をロックインアンプ36の出力信号で規格化することによって、旋光角を算出している。この原理を以下に述べる。

【0053】ロックインアンプ11の出力信号は、式(5)に示されたSに相当する。このSは、本実施例のように β を固定した場合、 T 、 I_0 および δ を一定とすると旋光角 α のみの関数になるので、Sから α を一意的に算出できる。ただし、実際は、被検試料の透過率の違い、サンプルセルの透過窓の汚れ等によりTは変化する。また、同時に光源強度のゆらぎから I_0 も変化する。ことから、このSのみからは、高精度で旋光角を測定することは不可能である。そこで、ロックインアンプ36の出力信号を利用する。ロックインアンプ36の出力信号を S' とすると次の式(6)のようになる。

$$S' = T \times I_0 \times \delta^2 / 2 \quad (6)$$

この式(6)で式(5)を除して規格化すると、次に式(7)に示すXが得られる。

$$X = 4 / \delta \times (\beta - \alpha) \quad (7)$$

このXはTおよび I_0 を含まないため、これから高精度に旋光角 α を決定することができる。

【0054】濃度が約5000mg/dlのグルコース水溶液を複数調製した。実際に得られたグルコース水溶液の濃度は、4950~5050mg/dlの範囲でばらついた。なお、これらの平均濃度は目標濃度である5000mg/dlであった。まず、サンプルセル13に、振幅が0.05Aで、周波数が1.3kHzの変調信号を出力した。そして、濃度が目標である5000mg/dlであることが確認されたグルコース水溶液をサンプルセル13に入れ、ロックインアンプ11の出力がゼロになるように直線検光子6の角度を設定した。次に、濃度の下限である4950mg/dl、または上限である5050mg/dlのグルコース水溶液をサンプルセル5に入れ、光センサ7の出力、ブリアンプ8の出力およびロックインアンプ11の出力がそれぞれ飽和していないことを確認した。ここで、ロックインアンプ11およびロックインアンプ36の出力の絶対値が最大になるように、ブリアンプ8またはロックインアンプ11と、ロックインアンプ36のゲインを調整することが望ましい。

【0055】上記の様に、直線検光子6の角度を初期設定して、各ゲインを調整した後、検量線作成用に、濃度が4950、4960、4970、4980、4990、5000、5010、5020、5030、5040、5050mg/dlのグルコース水溶液を調製し、これらを用いて式(7)に示されたXを求めた。この結果を図12に黒丸で示す。図中直線は、得られた測定データより算出した回帰直線である。得られた回帰直線によると、濃度5000mg/dlのグルコース水溶液に対するXはゼロになる。また、濃度4950mg/dlのグルコース水溶液に対するXは-1.0に、濃度5050mg/dlのグルコース水溶液に対するXは1.0になる。濃度5000mg/dlのグルコース水溶液に対して、 $(\beta - \alpha)$ がゼロになる。ここで、 β は、グルコース水溶液の濃度が5000mg/dlのときの旋光角である。以上のようにして得られた直線を検量線にして旋光角すなわちグルコース濃度を測定することができる。

【0056】以上のように本実施例によれば、被検試料に磁場を印加し、その磁場を変調し、光センサ7の出力信号の変調周波数成分を、その変調周波数の2倍に周波数成分で規格化することにより、高精度、高信頼性、小型、低価格の旋光計を実現できる。また、本実施例は、実施例2と異なり、コイルドライバ37は、ソレノイドコイルに供給する電流を制御する必要ない。従って、ソ

レノイドコイル13aに、適当な抵抗を介して100Vの商用交流電源に接続することによって、コイルドライバ37が実現できる。すなわち、ソレノイドコイル13aに供給する電流を商用交流電源の周波数で変調することができる。なお、本実施例によると、ロックインアンプが2つ必要になるが、コイルドライバ37を大幅に簡素化することが可能なため、コイルドライバ37とロックインアンプ11および36のコストによっては、実施例2よりも低価格で旋光計を提供できる場合もある。本実施例においては、実施例2と同様に、被検試料に磁場を印加してこれのファラデー効果を利用して偏光を変調していたが、実施例1のようにファラデーセルを使用してもよい。

【0057】

【発明の効果】本発明によると、濃度が高い溶液の旋光角を連続的に高精度に測定することができる。また、この方法によって、溶液の濃度を容易に判定することができる。したがって、連続的な旋光度測定に適した信頼性が高く小型の旋光計を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例に用いた旋光計の構成を示す概略図である。

【図2】グルコース水溶液の濃度と同旋光計を用いて得られた補償電流量との関係を示す特性図である。

【図3】本発明の他の実施例で用いたショ糖水溶液の製造装置の構成を示す概略図である。

【図4】グルコース水溶液の濃度と同製造装置の旋光計を用いて得られた補償電流量との関係を示す特性図である。

【図5】本発明のさらに他の実施例で用いたショ糖水溶液の製造装置の構成を示す概略図である。

【図6】グルコース水溶液の濃度と同製造装置の旋光計を用いて得られた補償電流量との関係を示す特性図である。

【図7】本発明のさらに他の実施例で用いたショ糖水溶液の製造装置の構成を示す概略図である。

【図8】グルコース水溶液の濃度と同製造装置の差動アンプの出力との関係を示す特性図である。

【図9】本発明のさらに他の実施例で用いたショ糖水溶液の製造装置の構成を示す概略図である。

【図10】ショ糖水溶液の濃度と同製造装置のロックインアンプの出力との関係を示す特性図である。

【図11】本発明のさらに他の実施例で用いた旋光計の構成を示す概略図である。

【図12】ショ糖水溶液の濃度とXの関係を示す特性図である。

【図13】従来の旋光計の構成を示す概略図である。

【符号の説明】

1 半導体レーザモジュール
3、28、42 偏光子

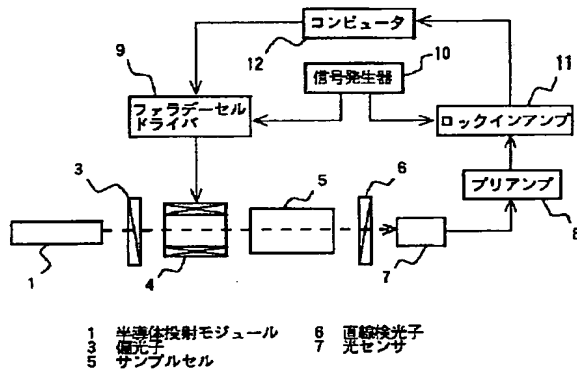
21

- 4 ファラデーセル
 5、13、26、43 サンプルセル
 6、44 直線検光子
 7、29、30、45 光センサ
 8 プリアンプ
 9 ファラデーセルドライバ
 10、34、50 信号発生器
 11、35、36、48 ロックインアンプ
 12、32、38、49 コンピュータ
 13a ソレノイドコイル
 14、24、37 コイルドライバ
 15 調整タンク

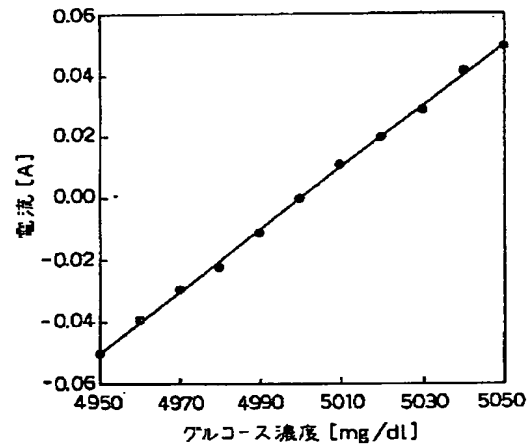
22

- * 16、17、22 配管
 18 ポンプ
 19、25 流体供給口
 20 粉末供給口
 21 攪拌プロペラ
 23 バルブ
 27 偏光ビームスプリッタ
 31 差動アンプ
 33 光チョッパ
 41 光源
 46 光変調器
 * 47 駆動器

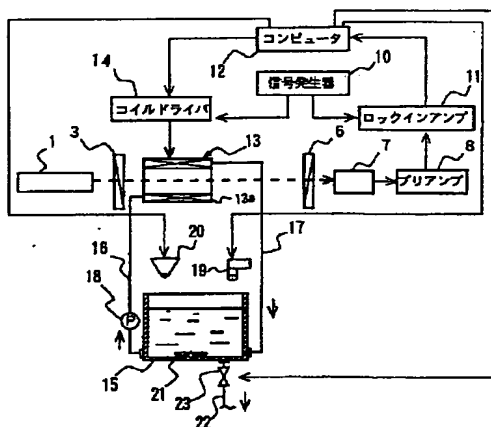
【図1】



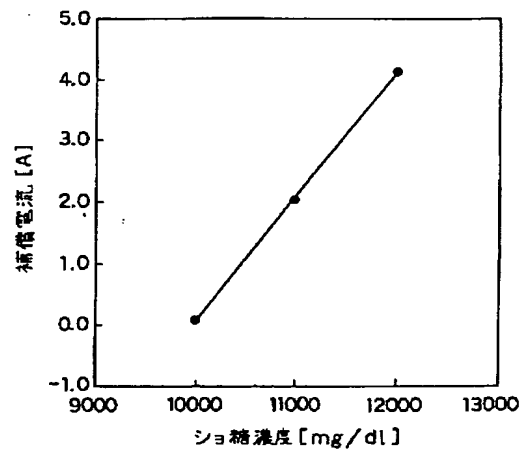
【図2】



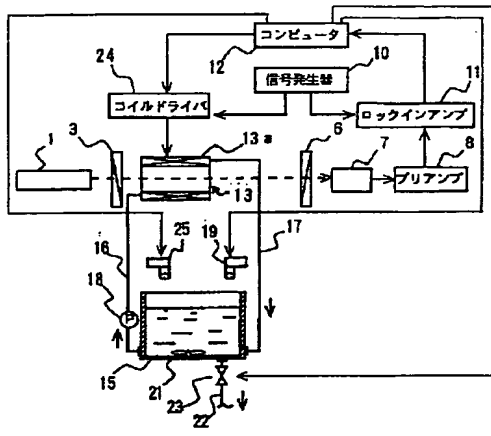
【図3】



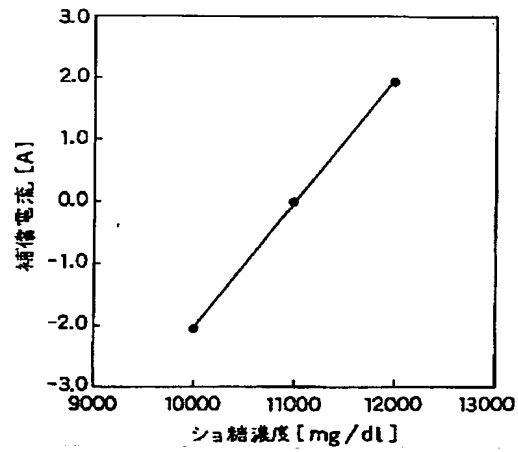
【図4】



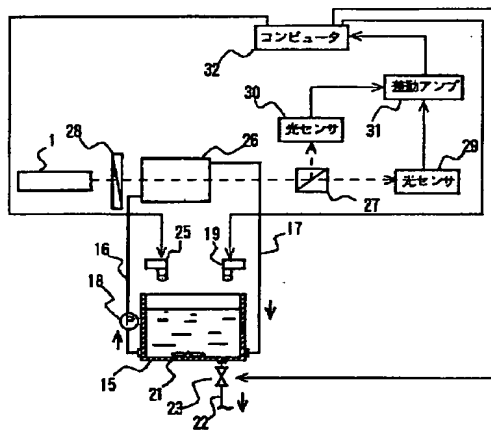
【図5】



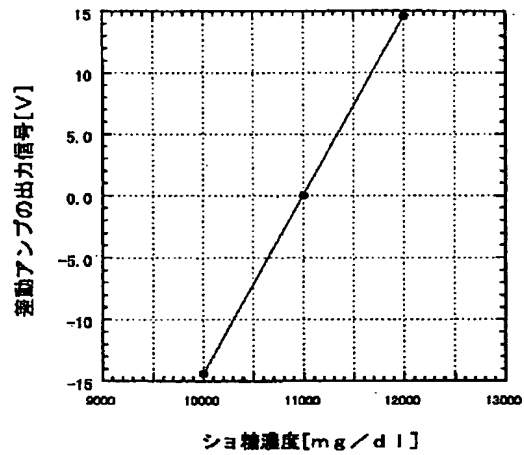
【図6】



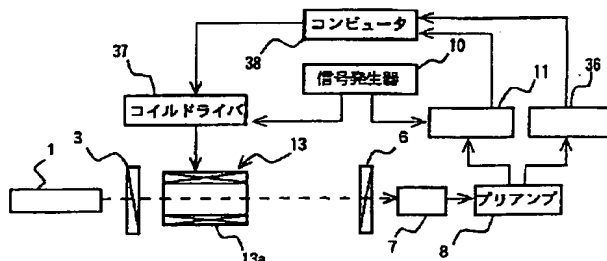
【図7】



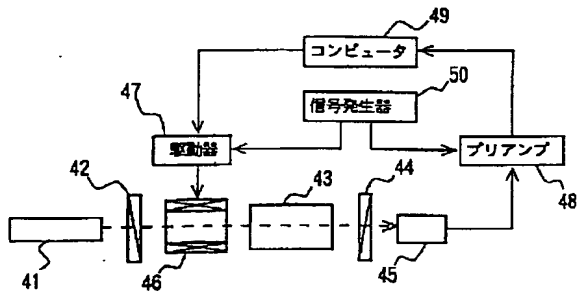
【図8】



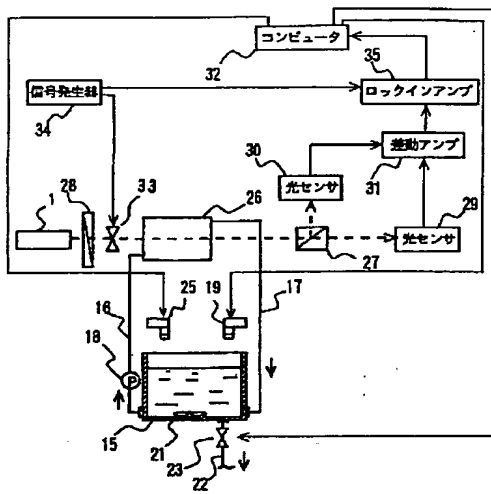
【図11】



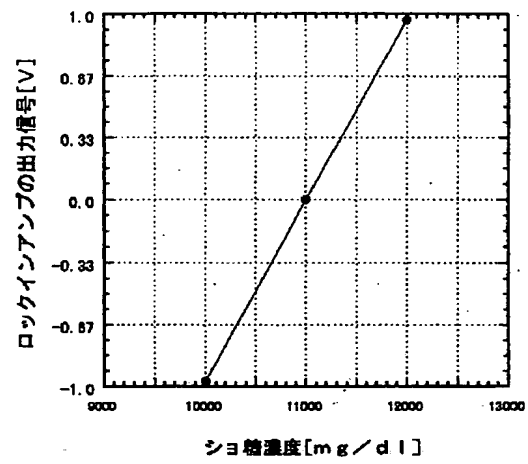
【図13】



【図9】



【図10】



【図12】

